

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

XP-002215107

AN - 1989-132664 [25]

A - [001] 014 034 04- 05- 074 075 076 081 085 143 144 145 157 226 231 28&
316 336 341 353 355 359 37- 381 398 431 435 443 473 477 48- 54& 546
575 583 589 596 597 600 609 623 627 668 679 720

AP - JP19870235827 19870918; JP19870235827 19870918; [Based on J01075580]

CPY - NITL

DC - A14 A81 G03

DR - 1135-U

FS - CPI

IC - C09J7/02

KS - 0203 0231 0412 0496 0566 0608 1282 1291 1633 2016 2020 2116 2123 2194
2198 2301 2318 2427 2437 2493 2513 2578 2585 2654 2726 2741 2774 2816
3049 3252

MC - A11-C02B A12-A01 G03-B04

PA - (NITL) NITTO ELECTRIC IND CO

PN - JP1075580 A 19890322 DW198918 005pp

- JP6023344B B2 19940330 DW199416 C09J7/02 004pp

PR - JP19870235827 19870918

XA - C1989-058719

XIC - C09J-007/02

AB - J01075580 In a UV curable adhesive tape and sheet, the ratio of area of cured part to non-cured part is 0.05-19 has 10-90 wt.% of the ave. gel fraction of cured part. Pref. the tackifier in the compsn. is UV curable tackifier comprising acrylic polymer contg. epoxy gp. and onium salts which is pref. sulphonium salts.

- USE/ADVANTAGE - The adhesive tape and sheet are useful in packaging, masking, electric insulating, protecting, anti-corrosion jointing materials. The balance of initial tackiness and cohesivity is controllable.

- In an example, 100 wt. pts. acrylic polymer having Mn: 51,000 and Mv: 420,000 prep'd. by copolymerisation of 2-ethylhexylacrylate, acrylic acid and glycidyl acrylate in ethylacetate and 2 wt. pts. sulphonium salt as UV curing agent was compounded and coated on polyester film to 50 microns thickness and dried at 70 deg.C for 5 min.. The coated sheet was irradiated by a high voltage mercury lamp at 500 mJ/cm² using a rotating mask with a slit to a sheet having a cured pattern in which the ratio of cured and non-cured area was 1.25 and the ave. gel. fraction is 50 wt.%. The retention time of the sheet under some loading with a corrugated board was 178 min and the sheet showed 9mm of ball tack, compared with 1 min. and 2mm respectively for those of a sheet having same compsn. but without UV curing.

IW - ULTRAVIOLET CURE PRESSURE SENSITIVE ADHESIVE TAPE SHEET SPECIFIED RATIO AREA CURE NON CURE PART

IKW - ULTRAVIOLET CURE PRESSURE SENSITIVE ADHESIVE TAPE SHEET SPECIFIED RATIO AREA CURE NON CURE PART

NC - 001

OPD - 1987-09-18

ORD - 1989-03-22

PAW - (NITL) NITTO ELECTRIC IND CO

TI - UV curable pressure sensitive adhesive tape and sheet - has specified ratio of area of cured to non-cured parts

⑫ 公開特許公報 (A)

昭64-75580

⑮ Int.Cl.⁴

C 09 J 7/02

識別記号

101
JJQ
JKA

府内整理番号

A-6770-4J
B-6770-4J

⑯ 公開 昭和64年(1989)3月22日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

④ 発明の名称 紫外線硬化型粘着テープもしくはシート

② 特願 昭62-235827

② 出願 昭62(1987)9月18日

⑦ 発明者 南崎 喜博 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電気工業株式会社内

⑦ 出願人 日東電気工業株式会社 大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号

明細書

1. 発明の名称

紫外線硬化型粘着テープもしくはシート

2. 特許請求の範囲

(1) 粘着剤面を部分的に紫外線硬化してなる粘着テープもしくはシートであつて、該粘着剤面の硬化部と非硬化部の面積比が0.05～1.9の範囲であり、且つ硬化部の平均ゲル分率が10～90重量%であることを特徴とする紫外線硬化型粘着テープもしくはシート。

(2) 粘着剤がエポキシ基を有するアクリル系ポリマーとオニウム塩系化合物を主成分とする紫外線硬化型粘着剤である特許請求の範囲第1項記載の紫外線硬化型粘着テープもしくはシート。

(3) オニウム塩系化合物がスルホニウム塩である特許請求の範囲第2項記載の紫外線硬化型粘着テープもしくはシート。

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は部分的に紫外線硬化されてなる紫外線

硬化型粘着テープもしくはシートに関する。

<従来の技術>

従来、粘着テープもしくはシートの用途は包装材やマスキング材、電気絶縁材、表面保護材、防食材、接着材などで代表されるが、使用する粘着テープもしくはシートは各用途に応じた接着特性を發揮するよう調整する必要がある。このような調整において、用いる粘着剤の初期タフクと接着性のバランスを適度に調整することで接着特性を規制することができるため、通常は架橋剤等で硬化処理を行なう方式が採用されていた。

<発明が解決しようとする問題点>

しかしながら、一般に粘着剤の硬化処理が充分でないと、初期タフクは良好であるが接着性に不足し、その結果、耐クリープ性に乏しくなるので粘着テープやシートを貼り付けた部分に大きなせん断力が加わった場合に、すべて剥離してしまうことがある。また、硬化処理が強過ぎると上記とは逆に接着性は良好となるが、初期タフクに乏しくなるので粘着テープやシートが粗面に貼り付け

られたり、強圧着力によって貼り付けられた場合、有効接着面積が充分に確保できず剥離してしまうことがある。

このような硬化処理の調整は硬化剤や硬化反応触媒、硬化反応に寄与する官能基の種類や量を適宜選択したり、硬化温度や反応時間等の硬化反応条件を適宜選定するなどによって行なわれていたが、このような従来の硬化処理では硬化度合の調整が難かしく、また同一粘着剤組成のもので要求する接着特性の異なるものを得ようとした場合、その再現性に問題があつた。

<問題点を解決するための手段>

本発明者らは上記問題点を解決すべく試験時を行なった結果、比較的再現性よく硬化処理を行なえる紫外線硬化に着目し、特定範囲のゲル分率で且つ硬化部と非硬化部の面積比を特定範囲となるように部分的に照射処理することによりその目的を達成し得ることを見い出し、本発明を完成するに至つた。

即ち、本発明の紫外線硬化型粘着テープもしく

が好ましく使用でき、該エポキシ基を構成させる紫外線硬化触媒としてスルホニウム塩、ジアゾニウム塩、ヨードニウム塩などのオニウム塩系化合物と共に使用することができる。

アクリル系粘着剤は接着特性の調整が比較的容易であり、紫外線硬化性も良好であることから好ましく用いることができ。特に、エポキシ基を有するアクリル系ポリマーとオニウム塩系化合物を主成分として配合したものが好ましく用いられる。

上記アクリル系ポリマーの代表的な調製法としては、アクリル酸系エステルとグリシルメタクリレート、3、4-エポキシシクロヘキシルメチル-3'-アクリロイル-4'-ヒドロキシシクロヘキサンカルボキシレートなどのエポキシ基含有共重合性モノマーを、ラジカル重合開始剤などを用いて溶液重合方式、塊状重合方式、乳化重合方式、懸滴重合方式など公知の重合方式で共重合処理して、エポキシ成分を分子鎖内に有するアクリル系ポリマーとする方法。あるいは予めアクリル酸系エステルからなるポリマーを調製し、これに付加

はシートは、接着層面を部分的に紫外線硬化してなる粘着テープもしくはシートであつて、該粘着剤面の硬化部と非硬化部の面積比が0.05～1.9の範囲であり、且つ硬化部の平均ゲル分率が10～90重量%であることを特徴とするものである。

本発明において用いる粘着剤は紫外線照射にて硬化する。所謂紫外線硬化型の粘着剤であればよく、ベースポリマーとしてゴム系、アクリル系を問わず使用することができる。

ゴム系粘着剤としては主成分として天然ゴムを用い、ステレン-ブタジエンゴム、ポリイソブレンゴム、ポリブタジエンゴムなどのエラストマーや、テルペングリセリン系樹脂、クマロンインデン樹脂、ステレン系樹脂、フェノール系樹脂、ロクサン系樹脂などの各種接着性付与樹脂を任意に配合し、これらの配合物に紫外線感応性化合物を添加することによって調製することができる。

上記紫外線感応性化合物は紫外線の照射によってゴム系粘着剤を架橋硬化するものであり、例えば分子内にエポキシ基を有するアルコキシシラン

反応や変性反応により適宜なエポキシ基含有化合物を導入して分子鎖の側鎖や末端などにエポキシ成分を有するものとする方法などがあげられる。重合に関するモノマー濃度、連鎖移動剤の種類や添加量、重合温度、溶剤などの処理条件について特に限定はなく、ポリマーの所望分子量などにより適宜に決定することができる。

アクリル系ポリマーにおけるエポキシ基の含有割合についても特に限定はなく、一般には得られる粘着剤における初期タフクと凝集性のバランスなどの点よりアクリル系ポリマー中に1個以上、就中アクリル酸系エステル単位の重合度に基づき1～10%の割合が適当である。

なお、必要に応じ改質モノマーを共重合させたアクリル系ポリマーとしたものなどであってもよい。

アクリル系ポリマーの重量平均分子量としては、1,000～5,000,000が一般であり、好ましくは2,000～3,000,000である。重量平均分子量が小さくて常温流動性を有するものは無溶剤施工が

可能な粘着剤を調製しうる利点がある。なお、流动性に劣るものは通常の如く、有機溶剤を用いた溶液タイプや、水等に分散させたタイプなどとして用いればよい。

前記したアクリル系ポリマーの調製に用いられるアクリル酸系エステルとしては、例えばn-ブロピル基、n-ブチル基、n-アミル基、n-ヘキシル基、2-エチルヘキシル基、n-オクチル基、イソオクチル基、n-ノニル基、イソノニル基、n-デシル基などで代表される通常、炭素数が30以下のアルキル基を有するアクリル酸やメタクリル酸などのエステルがあげられる。

また、必要に応じ用いられる改質モノマーの代表例としてはアクリル酸、メタクリル酸、酢酸ビニル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリロニトリルなどがあげられる。改質モノマーの使用量はアクリル酸系エステル100重量部あたり30重量部以下が一般であるが、これに限らずはない。

また、紫外線硬化触媒として用いるオニウム塩

センジオキサイド、リモネンオキサイド、3、4-エポキシシクロヘキシルメチル-3、4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、ビス-(6-メチル-3、4-エポキシシクロヘキシル)アクリペート、エチレングリコールグリシルエーテルなどがあげられる。

さらに、本発明で用いる粘着剤は必要に応じ、エポキシ基を含有しない公知のアクリル系ポリマーのほか、タフキファイヤ、軟化剤、酸化防止剤、充填剤、顔料、增量剤などの通常配合されることのある添加剤を含有していてもよい。また、イソシアネート化合物などで代表される接着性改良剤を含有していてもよい。接着性改良剤は被着体あるいは支持基材との密着性ないし接着性を改修するためのものである。

本発明における粘着テープもしくはシートは、上記粘着剤からなる層を支持基材の片面又は両面に設けたものや、支持基材なしで剥離材に挟んだ形状のものである。支持基材としては、紙、プラスチックラミネート紙、布、不織布、プラスチッ

系化合物としては紫外線照射によりエポキシ基の開環反応を起こし得るものであればよく、例えば一般式、 $\text{ArN}_2^+ \text{X}^-$ 、 $\text{R}_2\text{S}^+ \text{X}^-$ 、 $\text{R}_2\text{I}^+ \text{X}^-$ （ただし、Arはアリール基、Rはアルキル基又はアリール基、X⁻は BF_4^- 、 PF_6^- 、 AsF_6^- 、 SbF_6^- 、 SbCl_6^- 、 HSO_4^- 、 ClO_4^- 等の陰イオンである。）で表されるジアゾニウム塩、スルホニウム塩、ヨードニウム塩などをあげることができ、特にスルホニウム塩が好ましく用いられる。また、配合量は前記アクリル系ポリマー100重量部あたり0.2～20重量部が適当であり、0.5～10重量部が好ましい。その配合量が0.2重量部未満では架橋不足となり、20重量部を超えると初期タック等に乏しくなって接着特性上好ましくない。

本発明で用いる粘着剤は、架橋効率をあげるために必要に応じ、分子中にエポキシ基を1個又は2個以上有するエポキシ基官能性架橋剤が配合されていてもよい。その配合量は粘着剤100重量部あたり200重量部以下が適当である。エポキシ基官能性架橋剤の例としては、ビニルシクロヘキ

クラミネート布、プラスチックフィルム、金属箔などからなる通常厚さが1～500μmの薄葉体や厚さが10μm～10mmの発泡シートが一般に用いられる。

粘着テープもしくはシートの作製は粘着剤をそのまま（無溶剤塗工）あるいは必要に応じ溶剤や水などからなる媒体で溶液や分散液としたものを支持基材に塗布することにより行なう。後者の場合には、必要に応じ塗布後乾燥処理する。塗布量は用途により異なるが一般には固形分で2～2000g/m²が適当である。

本発明の紫外線硬化型粘着テープもしくはシートは上記のように作製したのち、水銀ランプやメタルハライドランプなどの紫外線照射装置を用いて粘着剤面を部分的に照射して硬化処理して得たものである。部分的に照射するには光板と照射面（粘着剤面）との間に紫外線を部分的に遮蔽するためのスリットを介在させたり、部分的に切り抜いた紫外線透過性の悪い剥離材を粘着剤面に貼り合わせて行なう。また、ソフト照射やバターン

照射が可能な光顔を用いることもできる。

このようにして部分的に紫外線照射された粘着テープもしくはシートの粘着剤面の硬化部と非硬化部の面積比は0.05~1.9、好ましくは0.1~1.0の範囲とすることが得られる粘着特性のバランスの点で好ましい。該面積比が0.05に満たないと非硬化部の面積が大きすぎるので粘着剤の凝集性に欠け、せん断力が加わった場合に剥離が起き、また面積比が1.9を超えると初期タックに乏しくなるので好ましくない。

また、前記紫外線照射を行なった際の硬化部は平均ゲル分率を10~90重量%となるように照射線量を調整することが好ましく、平均ゲル分率が該範囲外では硬化が不充分となったり、硬化度合が強くなりすぎるために、粘着テープもしくはシートとして被着体に貼着する場合の接着特性のバランスが悪くなる。

本発明の紫外線硬化型粘着テープもしくはシートは上記のように特定の範囲となるように硬化条件を設定して粘着剤面に部分的に紫外線照射する

求特性の異なるものへの品種の切り換えが容易となるものである。

<実施例>

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明する。

実施例1

攪拌羽根、温度計、冷却管、ガス導入管を取り付けた四ツ口フラスコを用いて窒素置換下、アクリル酸2-エチルヘキシル100部（重量部、以下同じ）、アクリル酸3部及びグリシカルメタクリレート3部を、アソビスイソブチロニトリル0.6部の存在下に酢酸エチル106部を溶媒として内浴温度60℃で4時間、ついで70℃で3時間攪拌しながら重合したのち酢酸エチル53部を追加してエポキシ基含有アクリル系ポリマーの樹液を得た。グルバーミエーションクロマトグラフィーによるポリスチレン換算に基づく前記エポキシ基含有アクリル系ポリマーの数平均分子量は51,000、重量平均分子量は420,000であった。

次に上記で得たアクリル系ポリマー100部

ことによって得られるが、照射前の粘着剤を特に接着特性のバランスに優れたものとする必要はない。例えば凝集性が低かったり、初期タックが高すぎても同様支障はなく、紫外線照射によってバランスのよい接着特性が発揮されるようすればよいのである。

<発明の効果>

以上のように本発明の紫外線硬化型粘着テープもしくはシートは部分的に紫外線照射され、且つ粘着剤面の硬化部と非硬化部との面積比および硬化部の平均ゲル分率を特定範囲に設定しているので、粘着剤面には高凝集性で低初期タックの部分（硬化部）と、低凝集性で高初期タックの部分（非硬化部）とが共存している。従って、接着特性、特に初期タックと凝集性のバランスを調整するに際し、硬化部と非硬化部の面積比を変化させることで同一組成からなる粘着剤を用いても比較的容易に行なうことができる。また、平均ゲル分率を調整することによっても上記接着特性を変化できるので、微妙な調整を行なうことができ、要

（固形分）にスルホニウム塩系の紫外線硬化触媒2部を配合したのち、これを厚さ5.0μのポリエスチルフィルムに塗布量50g/m²となるように塗布した。次いで、塗布物を70℃の加熱オーブン中に5分間入れて酢酸エチルを擦過乾燥させたのち10mm角の粘着シートに裁断した。

次に、得られた粘着シートの粘着剤面の上方1mmの位置にスリット幅1mmで間隔2mmのアルミ箔製スリット板を設置し、その上方から高圧水銀ランプによって500mJ/cm²の照射量で紫外線を照射し、続いて該スリット板を同位置から平面方向に90度回転させて同様の条件で紫外線を照射し、第1回の如き硬化パターンの紫外線硬化型粘着シートを作製した。硬化部1と非硬化部2との面積比は1.25で、硬化部の平均ゲル分率は50重量%であった。

実施例2

スリット幅1mmで間隔1mmのアルミ箔製スリット板を用いた以外は実施例1と同様にして第2回の如き硬化パターンの紫外線硬化型粘着シートを

作製した。硬化部1と非硬化部2との面積比は3.0で、硬化部の平均ゲル分率は63重量%であった。

比較例1

紫外線照射を行なわなかつた以外は実施例1と同じにして硬化処理を行なわない粘着シートを作製した。

比較例2

アルミ製スリット板を設置せずに粘着剤面全面に実施例1と同じく紫外線照射を1回行なつた以外は実施例1と同じにして粘着シートを作製した。平均ゲル分率は45重量%であった。

上記各実施例および比較例で作製した粘着シートを20mm幅、80mm長さに裁断して試験片として下記の評価試験を行ない、その結果を第1表に示した。尚、表中の値は4回測定の平均値である。
(対ダンボール板保持力)

20°C、65%RH下で市販のダンボール板に貼付面積が20mm幅で15mm長さ、自由端が約65mmはみ出するように2kg荷重のゴムローラを一往復

タクのバランスに優れた接着特性を有するものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は実施例1にて得た紫外線硬化型粘着シートの粘着剤面の硬化パターンを示し、第2図は実施例2の硬化パターンを示す。

1…硬化部。 2…非硬化部

特許出願人

日東電気工業株式会社

代表者 緑居五朗

させて圧着し、これを40°Cの恒温機内に20分間放置したのち、試験片の自由端に1kgの荷重を負荷して垂直に吊し、試験片がダンボール板から剥がれ落ちるまでの時間を測定して接着性を調べた。

(ボールタック)

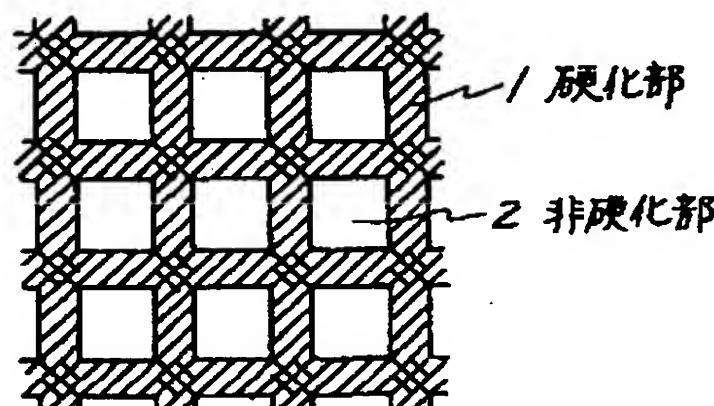
米国 Pressure Sensitive Tape Councilによる試験法P5TC-6に準じて20°C、65%RH下で試験片の粘着剤面でのボールのころがり距離を測定し初期タックを調べた。

第1表

	対ダンボール板 保持力 (分)	ボールタック (mm)
実施例1	178	9
〃 2	730	14
比較例1	1	2
〃 2	3,000<	22

第1表より明らかのように、本発明の紫外線硬化型粘着テープもしくはシートは接着性と初期タ

第1図



第2図

